

**METHOD FOR PRODUCING MAGNETIC POWDER**

**Patent number:** JP5070142  
**Publication date:** 1993-03-23  
**Inventor:** OKABE KAZUMI; SAKABE YUKIO  
**Applicant:** MURATA MANUFACTURING CO  
**Classification:**  
**- international:** C01G49/00; H01F1/34  
**- european:**  
**Application number:** JP19910231621 19910911  
**Priority number(s):** JP19910231621 19910911

**Report a data error here**

**Abstract of JP5070142**

**PURPOSE:** To inexpensively produce fine Ni-Zn ferrite raw material magnetic powder having high surface activity and readily sintering properties. **CONSTITUTION:** A heated solution comprising an immiscible organic solvent having  $\geq 100$  deg.C boiling point is mixed with a water-soluble nickel compound, a water-soluble zinc compound, a water-soluble iron compound and hydrogen peroxide to form an emulsion, which is mixed with caustic soda to form precipitate of metal oxides and the prepared metal oxide powder is calcined at  $\leq 600$  deg.C.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 ( J P )

(12) 公開特許公報 ( A )

(11) 特許出願公開番号

特開平 5 - 7 0 1 4 2

(43) 公開日 平成 5 年 ( 1 9 9 3 ) 3 月 2 3 日

(51) Int. Cl. <sup>5</sup>	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
C01G 49/00	A	9151-4G		
H01F 1/34	A	7371-5E		

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全 3 頁)

(21) 出願番号	特願平 3 - 2 3 1 6 2 1
(22) 出願日	平成 3 年 ( 1 9 9 1 ) 9 月 1 1 日

(71) 出願人	0 0 0 0 0 6 2 3 1 株式会社村田製作所 京都府長岡京市天神二丁目 2 6 番 1 0 号
(72) 発明者	岡部 参省 京都府長岡京市天神 2 丁目 2 6 番 1 0 号 株式会社村田製作所内
(72) 発明者	坂部 行雄 京都府長岡京市天神 2 丁目 2 6 番 1 0 号 株式会社村田製作所内
(74) 代理人	弁理士 青山 葆 (外 1 名)

(54) 【発明の名称】 磁性粉末の製造方法

(57) 【要約】

【目的】 微細で表面活性が高く易焼結性の Ni - Zn フェライト原料磁性粉末を安価に製造すること。

【構成】 沸点が 1 0 0 ℃ 以上の水と非混和性の有機溶剤からなる加温溶液に、界面活性剤の存在下、水溶性ニッケル化合物、水溶性亜鉛化合物、水溶性鉄化合物及び過酸化水素を添加してエマルジョンを生成させ、該エマルジョンに苛性ソーダを加えて金属酸化物を生成沈殿させ、得られた金属酸化物粉末を 6 0 0 ℃ 以下の温度で仮焼する。

1

## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 沸点が 100℃以上の水と非混和性の有機溶剤からなる加温溶液に、界面活性剤の存在下、水溶性ニッケル化合物、水溶性亜鉛化合物、水溶性鉄化合物及び過酸化水素を添加してエマルジョンを生成させ、該エマルジョンに苛性ソーダを加えて金属酸化物を生成沈殿させ、得られた金属酸化物粉末を 600℃以下の温度で仮焼することを特徴とする Ni-Zn 系スピネルフェライト粉末の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は磁性粉末の製造方法、特に、微細で表面活性の高い易焼結性の Ni-Zn 系スピネルフェライト粉末の製造方法に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、Ni-Zn 系フェライト原料粉末の製造方法としては、フェライト構成元素の酸化物若しくは炭酸塩の粉末を別々に秤量し、それらを混合粉碎して高温で仮焼する伝統的な粉末法、及びニッケル、亜鉛、鉄の水溶性化合物の混合溶液にシュウ酸を添加して、それらのシュウ酸塩を同時に生成沈殿させ、得られた混合シュウ酸塩を仮焼するいわゆるシュウ酸塩法が知られている。

## 【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、粉末法では、出発原料がフェライト構成元素の酸化物もしくは炭酸塩の粉末であるため、各々の粉末を分子レベルで均一に混合分散させることは全く不可能であり、部分的に組成のずれを生じてミクロ的に均質な混合粉末が得られず、磁性特性のバラツキの大きいフェライトしか得られないという問題がある。また、これらの出発原料である各粉末は湿式法により沈殿物として合成され、要すれば、その沈殿物を仮焼することによって製造されるが、合成時の沈殿物が非常に微細な粒子であっても、凝集や仮焼等により粒子が粗大化し表面活性も低下しているため、それらの混合粉末をスピネルフェライトにするためには 900℃以上の高温で仮焼しなければならないという問題がある。

【0004】 さらに、高温で仮焼することによって粉末が凝集体となり、その表面活性が低下し焼結性が低くなっているため、焼結体を得るためには焼結温度を一段と高くしなければならないという問題がある。これを防止するため、焼結助剤を添加して焼結温度を低くすることが考えられるが、焼結助剤の添加は磁気特性を悪くするという新たな問題を生じる。

【0005】 他方、シュウ酸塩法は、複合シュウ酸塩を生成させることによって構成元素を分子レベルで均一分散させた混合物を得ることができるが、生成した沈殿物が酸化物ではない為、これを酸化物化及びスピネル化するのに 800℃以上のかなり高い温度で仮焼しなけれ

2

ばならず、必然的に粒子の凝集や粗大化を招くという問題がある。また、沈殿剤としてコストの高いシュウ酸或いはシュウ酸アンモニウムを用いるので Ni-Zn フェライトの原料粉末がコスト高になる欠点もある。更に、複合シュウ酸塩を生成させるためには pH 3 とかなり酸性側で反応を進行させる必要があり、そのため、反応終了後の廃液をそのまま排出することが出来ず、中和して排出しなければならないため、公害防止のための排水処理費がかさみコスト高の要因になる。しかも、シュウ酸は廃液中の BOD を高くする要因ともなり沈殿剤としては決して好ましいものでない。

【0006】 従って、本発明は、微細で表面活性が高く易焼結性の Ni-Zn フェライト原料磁性粉末を安価に製造することを目的とするものである。

## 【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明は、前記課題を解決するための手段として、界面活性剤を含有し、沸点が 100℃以上の水と非混和性の有機溶剤からなる加温溶液に、水溶性ニッケル化合物、水溶性亜鉛化合物、水溶性鉄化合物及び過酸化水素を添加してエマルジョンを生成させ、該エマルジョンに苛性ソーダを加えて金属酸化物を生成沈殿させ、得られた金属酸化物粉末を 600℃以下の温度で仮焼するようにしたものである。

【0008】 前記水溶性ニッケル化合物、水溶性亜鉛化合物及び水溶性鉄化合物としては、ニッケル、亜鉛及び鉄の塩化物、硝酸塩、硫酸塩或は酢酸塩など安価な無機酸塩若しくは酢酸塩を用いれば良い。なお、水溶性鉄化合物としては第一鉄塩及び第二鉄塩のいずれを用いても良い。これらの水溶性金属化合物は目的とするフェライトの組成に応じて任意の割合で配合される。

【0009】 前記界面活性剤としては、イオン性界面活性剤及び非イオン性界面活性剤など任意のものを使用し得るが、磁性粉末への不純物の混入を防止する観点から、無機塩などを含まない純粋なものが得られる非イオン性界面活性剤が好適である。非イオン性界面活性剤には、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、単鎖長ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレン 2 級アルコールエーテル、ポリオキシエチレン・アルキルフェニルエーテル、ポリオキシエチレン・ポリオキシプロピレン・ブロックポリマーなどのエーテル型界面活性剤；ポリオキシエチレン・グリセリン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン・ソルビトール脂肪酸エステルなどのエーテルエステル型界面活性剤；ポリエチレン・グリコール脂肪酸エステル、脂肪酸モノグリセリド、ソルビタン脂肪酸エステル、プロピレングリコール脂肪酸エステルなどのエステル型界面活性剤；脂肪酸アルカノールアミド、ポリオキシエチレン脂肪酸アミド、ポリオキシエチレン・アルキルアミン、アルキルアミンオキサイドなどの含窒素型界面活性剤が含まれ、これらの任意のもの

10

20

30

40

50

を単独で若しくは2種以上を組み合わせ使用できる。

【0010】前記水と非混和性の有機溶剤としては、水と非混和で沸点が100℃以上のものであれば、任意のものを使用できるが、代表的なものとしては、トルエン、*o*-、*m*-、*p*-キシレン、イソプロピルベンゼン、ジイソブチレン、デカンおよびその異性体など炭素数が8以上のメタン列炭化水素などが挙げられる。

【0011】前記ニッケル、亜鉛及び鉄の酸化物を生成させる反応は、80～100℃の範囲内の温度で行うのが好ましい。

【0012】

【作用】沸点が100℃以上の水と非混和性の有機溶剤からなる加温溶液に、界面活性剤の存在下、水溶性ニッケル化合物、水溶性亜鉛化合物及び水溶性鉄化合物及び過酸化水素水を加えると、界面活性剤の作用により前記ニッケル、亜鉛及び鉄の各水溶性化合物の微小な水滴エマルジョンが形成される。これに苛性ソーダを添加して反応させると、生成されるフェライト構成元素の酸化物の粒子の大きさが微小水滴エマルジョンの大きさに律せられるため、分子レベルで均一に分散した極めて微細なNi-Znフェライト粒子が直接合成される。この時、反応系がW/O型のエマルジョンを形成しているため、生成されるフェライト粒子は有機溶剤に囲まれた形になり、その凝集が防止される。また、水の沸点より高い沸点を有する有機溶剤の使用が、100℃を越える温度に加熱するだけで凝集の原因となる水分の除去を極めて容易となし、減圧乾燥等による凝集の少ない高分散の微細なフェライト粉末の生成を可能にし、これが600℃以下の比較的低い温度での仮焼を可能にし、スピネルフェライトの低温化を可能にする。

【0013】次に、本発明の実施例について説明する。

【0014】

【実施例】トルエン3000mlにソルビタンモノラウレート4gを添加して界面活性剤含有液を調製する一方、硝酸ニッケル0.038モル、硝酸第2鉄0.163モル、硝酸亜鉛0.05モル及び過酸化水素35mlを純水に溶解した金属イオン含有液100mlを調製する。前記界面活性剤含有液を90～95℃に加熱し、これに同温度に加熱した金属イオン含有液100mlを高速撹拌しながら添加して、エマルジョン溶液を調製する。得られたエマルジョン溶液に、高速撹拌しながら、10規定の苛性ソーダ水溶液50mlを添加して酸化物を生成沈澱させ、これを高速撹拌しながら90～95℃に保った状態

でエージングを5時間行う。

【0015】エージング後、蒸留して反応液から水分を除去し、トルエン溶媒に酸化物が分散したスラリーをスプレードライ法に乾燥した後、400℃で熱処理してNi-Zn系スピネルフェライトの仮焼粉末を得る。この仮焼粉末を0.05規定の酢酸溶液で洗浄して、Na<sup>+</sup>及びNO<sub>3</sub><sup>-</sup>を完全に除去し、不純物のないNi-Zn系スピネルフェライト粉末を得る。この仮焼粉末をx線回折分析したところ、スピネルフェライトの単一相であった。透過型電子顕微鏡で観察したところ、粒径が0.05～0.15μmであった。

【0016】前記Ni-Zn系スピネルフェライト粉末に対して10%の酢酸ビニル系バインダを添加して造粒し、その造粒粉末を成形して外径36mmφ、内径30mmφのリングを成形した後、900℃で焼成して焼結体を得た。この焼結体の初透磁率(μ<sub>i</sub>)及び焼結密度を測定したところ、μ<sub>i</sub>=670、焼結密度=5.2g/cm<sup>3</sup>であった。

【0017】

【比較例】炭酸ニッケル、酸化亜鉛及び弁柄を実施例1のものと同組成となるように混合、粉碎し、800℃で仮焼して仮焼粉末を得た。この仮焼粉末に対して10%の酢酸ビニル系バインダーを添加して造粒し、以下実施例と同様にして焼結体を得た。この焼結体のμ<sub>i</sub>及び焼結密度を測定したところ、μ<sub>i</sub>=50、焼結密度=3.5g/cm<sup>3</sup>であった。

【0018】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明によれば、各フェライト構成元素の酸化物が液相反応により直接合成され、しかも、有機溶剤に分散した状態で生成されるので、フェライト構成元素が分子レベルで均一に分散し、微細で表面活性が高く、且つ、スピネル化温度の低い易焼結性のNi-Znフェライト原料粉体を得ることができる。また、液相反応により直接酸化物を生成させているため、シュウ酸塩のように沈殿物を熱分解して酸化物にする熱分解工程が不要となり、しかも、従来のシュウ酸塩法の仮焼温度(900℃)よりも300℃以上も低い温度でNi-Znフェライト粉末をスピネル化することができる、又、原料が無機酸塩若しくは酢酸塩であるため安価であり、しかも反応終了後の水分の除去及び有機溶剤の除去処理も簡単に行うことができ、従って、スピネルフェライトを安価に製造できる、など優れた効果が得られる。